

# PURIFICATION OF WET PROCESS PHOSPHORIC ACID

Patent Number: ☒ GB1601474

Publication date: 1981-10-28

Inventor(s):

Applicant(s):: ALBRIGHT & WILSON

Requested

Patent: ☒ JP53128595

Application

Number: GB19770015135 19770412

Priority Number

(s): GB19770015135 19770412

IPC

Classification: C01B25/22 ; B01D1/26 ; B01D5/00

EC

Classification: C01B25/24, C01B25/26B, C01B25/28, C01B25/40B

Equivalents:

AU3496778, AU518507, ☒ BE865908, CA1103887, ☒ DE2815880, ☒ ES468736, ☒ FR2387188,  
IL54496, IN149004, ☒ IT1156955, ☒ NL7803876, SE7804144, ZA7802113

---

## Abstract

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑩日本国特許庁

⑪特許出願公開

# 公開特許公報

昭53—128595

⑫Int. Cl.<sup>7</sup>  
C 01 B 25/18

識別記号  
1 0 1

⑬日本分類  
15 B 53

庁内整理番号  
7451—41

⑭公開 昭和53年(1978)11月9日  
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 9 頁)

## ⑮湿式法燐酸の精製方法

⑯特 願 昭53—42223

⑰出 願 昭53(1978)4月12日

優先権主張 ⑱1977年4月12日⑲イギリス国  
(GB)⑳15135/77

㉑発 明 者 エドワード・ジェイムズ・ロウ  
エ

イギリス国ウエスト・ミッドラ  
ンズ・ストールブリッジ・ロッ  
クス・ハウス4

同 アーサー・ウィルソン

イギリス国ウエスト・ミッドラ  
ンズ・ストールブリッジ・ウオ

ーレスコテ・ブラケンダル・ウ  
エイ21

㉒発 明 者 ミツシエル・ウィリアム・ミン  
シエル

イギリス国ウエスト・ミッドラ  
ンズ・ウオンボーン・キルクス  
トーン・クレス50

㉓出 願 人 アルブライト・エンド・ウイル  
ソン・リミテッド

イギリス国ウエスト・ミッドラ  
ンズ・ウオーリー・オールドベ  
リー(番地なし)

㉔代 理 人 弁理士 曾我道昭

明細書の請求内容(変更なし)  
明 細 書

### 1 発明の名称

湿式法燐酸の精製方法

### 2 特許請求の範囲

湿式法燐酸を、 $100^\circ\text{C}$ 以上の温度で $\text{P}_2\text{O}_5$  74重量%濃度以上に濃縮することによつて有機性および無機性不純物を分離可能な固体硫酸として硫酸させ、硫酸を硫酸から分離することを特徴とする。湿式法燐酸を加熱し、硫酸から水を蒸発させることによつて湿式法燐酸を濃縮し精製する方法。

### 3 発明の詳細な説明

この発明は湿式法燐酸の精製方法に関する。

湿式法燐酸は水性の酸と燐酸カルシウム酸との反応によつて造られる。工業的な処理で使用される酸は硫酸であり、これは約30重量%  $\text{P}_2\text{O}_5$  濃度の 硫酸と共に燐酸カルシウムの硫酸を結する。硫酸カルシウムを円過膜も生成物の硫酸は硫酸塩、希化物、有機物質、鉄、アルミニウムおよびマグネシウムを含む固々の塩類

性不純物および硫酸化合物不純物で著しく汚染されている。この非常に高度の汚染のために湿式法燐酸は硫酸の主要な工業的用途の多くのものに対して不適当である。このような用途は、燐酸石を電気炉中で元素状燐に還元し、これを $\text{P}_2\text{O}_5$ に酸化し、水に溶解して所望の濃度の比較的純粋な硫酸となすはるかに高価な電気還元法によつて造られる高純度の熱分解法燐酸を必要とする。

従つてより汎用の生成物をうるために湿式法燐酸を濃縮および/または精製するための多くの試みがなされてきた。実際上最も普通に使用されている方法は硫酸を減圧下で加熱して水を蒸発する方法である。硫酸の物理的および化学的制約のため、この方法によつて大きな問題もなく得られる最高濃度は約40重量%  $\text{P}_2\text{O}_5$ の濃度である。これが湿式法燐酸の普通の工業用濃度である。この工業用燐酸は、その上、元の希硫酸からのほとんど全部の非蒸発性元素からある不純物を元の希硫酸中よりも濃縮な

濃度で含有する。

湿式法煉銅をより高濃度に濃縮するための提案としては電交換法面を利用す。間接法や水浸熱法 (Aqueous Conduction) により直接加熱する方法といつた種々の方法が含まれる。このような方法は約 5% ~ 7%  $P_2O_5$  より低い濃度を造ることには成功していない。これは塩基性不純物のメタ銅酸塩が生成し、これが電交換法面上にスケールとして析出し、また残留酸保持液を工業的に取扱うのに粘稠しすぎるようにするからである。その上、濃度の上昇と共にますます褐色してくるからである。これらの問題は濃度を 70%  $P_2O_5$  以上の濃度に加熱すると徐々に一層濃縮になるのである。

さらに、銅酸から水を蒸発させると、若干の  $P_2O_5$  が水と共に蒸出し、蒸から失われる。このことは潜在的な汚染の危険があることを示し、高価な洗淨動作を必要とし、しかもこの操作では洗淨液は弗素化合物のような揮発性不純物によつて通常著しく汚染されているから経済的な

達成された濃度としてどの実施例に記載された最高の濃度も 72.5% であり、かつ明細書中に記載された。また全実施例で使用されている装置は著しく高濃度を得ることが出来るものではないから、濃縮の値を出ないと考えることができる。これは、容積を組成する値は約 7%  $P_2O_5$  またはそれ以上の濃度をもつ銅酸を大気圧下で蒸発させる高濃度および腐食性条件に耐えることはできないことが既知だからである。熱分解によつて造つた銅酸に  $P_2O_5$  を添加することによつて造つた銅酸とは異つて、湿式法煉銅から造つたこのような高濃度のポリ銅酸に対して用途は知られていないし、明細書にも提示されていない。湿式法煉銅のこのような濃縮された銅酸は工業的に有用なものであることは期待されない。これは湿式法煉銅を濃縮すると酸がゲル状稠度になるまで低揮発性不純物に蓄積し、ならびに有機物質および硫酸塩もまた濃縮され、これは銅酸がいやしくも工業的に価値あるものであることを妨げる。

454653-128595(2)

$P_2O_5$  回収を行うことができない。この因子は濃度を 70%  $P_2O_5$  以上の濃度に加熱すると困難である原因ともなる。

約 70% 以上に濃縮すると必ず湿式法煉銅が非常に粘稠で取扱いが困難になり、かつ不純であることおよびフュームが発生するといつた欠点は約 75%  $P_2O_5$  より濃厚な銅酸をうるための研究を妨害し、湿式法煉銅から出発したのでは少なくとも工業的に有用な製品としてより濃厚な銅酸をうることは実用的ではないと業界において一般に考えられるようになった。

カナダ特許第 264710 号は湿式法煉銅酸から水を蒸発させるのに充分な濃度に加熱することができる電交換法を酸保持液に流すことからなる直接電気抵抗加熱により湿式法煉銅を濃縮する方法が記載されている。上述のカナダ特許は例えば 5% またはそれ以上ものポリ銅酸に対応する濃度に 60%  $P_2O_5$  以上の濃度の湿式法煉銅を濃縮することができることを述べている。しかしこの特許の開示は、明細書において

さて、酸々は 80%  $P_2O_5$  濃度の沸点以上の濃度で作業できる改善された装置を使用して直接電気抵抗加熱により湿式法煉銅を濃縮することを試みた。このようにして、酸々は予期したように、65% ~ 70% の範囲の濃度で粘度が急激に上昇し、メタリン酸塩生成の軟便、酸の増色およびフューム中への  $P_2O_5$  の損失量が増大する軟便があつた。それにも拘らず、酸々は約 80 重量%  $P_2O_5$  以上の濃度に加熱した。ところが意外にも約 76%  $P_2O_5$  (すなわち大気圧で約 220°C) 以上の濃度で多くの予期されぬ変化が観察されることを知見した。すなわち濃度が増大すると共に暗緑色から暗褐色へ褐色が増大する傾向が約 80%  $P_2O_5$  で酸が暗緑色酸に戻り、約 82%  $P_2O_5$  (すなわち大気圧で約 200°C) で塩基性不純物がメタ銅酸塩の尹適可能なスラッジとして沈降し始め、このメタ銅酸塩を除去すれば流動性の液を生じ、また通常非揮発性再溶として考えられている硫酸塩は 76%  $P_2O_5$  以上の濃度の酸から揮発し始めて

約50%  $P_2O_5$ 、すなわち大気圧で約500℃で実質上無酸塩が除去された酸塩が得られること、また有機不純物は約4%  $P_2O_5$  以上で炭化して炭素の戸過可能な粒子となり（これは多分不純物の吸着による酸塩の顆粒に容与する）、また炭素は炭素により還元されて低原子価状態となり、この状態では例えば添加した塩素との反応によつて炭から一層容易に除去されることが意外にも見出したのである。

上述の炭化を総合した結果として、当業者が一般に信じていることとは異つて、実質上純度が上昇した50%～86%  $P_2O_5$  範囲の純度の取扱いの容易な有用な湿式法より酸塩が湿式法酸塩から得ることができることを見出した。

例えば、生成物の純度は中間の希釈度、例えば50%～75%  $P_2O_5$  範囲の純度に容易に希釈でき、この純度範囲では希酸は容易に戸過できて、同等の最終純度に先行技術が教示しているように湿式法酸塩を直接濃縮することによつて得たものに比して著しく改善された品質の

最終生成物の純度が得られることを見出した。

但、この発明によるより、酸生成物を適当な濃度に希釈することによつて生成した酸塩は結晶して高純度の純粋なサルトまたは結合酸塩を生ずることができることを見出した。これは従来付加的な精製工程なしには湿式法酸塩を蒸留して得た酸塩では不可能であつた。この酸塩はまた希釈と同時にまた希釈後に、および戸過前または戸過後に例えばアルカリ金属塩基またはアンモニウム塩基で中和してサルト、ピロまたはポリ酸塩塩となすこともできる。通常の湿式法酸塩とは異つて、この発明による方法から得た生成物は後で比酸を生ずる傾向をほとんど、または全く示さない。

従つて、この発明は湿式法酸塩を少くとも74重量%  $P_2O_5$  の濃度まで水を蒸発させかつ固体の不純物の戸過可能なスラッジが析出するのに充分なまで加熱し、希釈した母液を固体不純物から分離することからなる、湿式法酸塩の酸塩調製体の製造を提供するものである。酸塩

の加熱は交流電流を酸塩中に通すことによつて行ふのが好適である。濃縮した酸を75重量%  $P_2O_5$  未満に希釈し、希釈した酸塩から戸過により固体不純物を除くのが好適である。希釈された戸過された母液からサルト酸塩または結合酸塩を結晶化することによつて、または酸塩を希釈と同時にまたは後で、不純物の分離前、分離中または分離後に、アルカリ金属塩基またはアンモニウム塩基で酸を中和することによつて、適宜この発明による精製濃縮された酸から酸塩生成物が得られる。

酸塩は好適には500℃以上の温度例えば800℃以上で、最も好適には900℃以上の温度で加熱される。例えば550℃～650℃の範囲の温度が特に便宜である。酸塩を実質上大気圧で蒸発するのが普通便利である。

この発明は湿式法酸塩と熱分解酸塩との中間の純度を持ち、かつ同等の中間の純度の酸塩を造る蒸留抽出法のような他の既知の方法よりも、または熱分解法よりもかなり安価で、かつ

一層便利な方法によつて酸塩および酸塩塩の製造を可能となす。

加熱は好適には炭素のような熱伝導性酸塩に耐えることができる容器および電極を使用して行われる。容器自体が電極の片方を構成するのが便宜である。小規模の装置においては中央炭素棒が他の電極として作用する。大規模装置では電極の相により2個またはそれ以上の炭素棒を電極として用いるのが可能であり、かつ好適である。価格は別として、炭素の使用は他の利点をもつ。電極から炭素粒子のアブレーションは電極上にスケールが付着するのを最少となすのを助勢し、炭素粒子は酸塩中に存在する有機物質から生成した炭素と共に酸塩の精製および炭素の還元に影響する。

炭素容器中で電気加熱を使用すると、容器および配管熱伝導表面上の化学腐食の問題を大部分解決する。安全上の理由により、容器を絶縁する際の困難を回避するために我々は比較的低電圧例えば30～100ボルトの電圧を使用する

のを好適とし、しかし非常に高電圧をも使用できる。脱酸は電熱であるのが好ましい。

生成物の脱は、特に炭酸原料導入口を使用する場合に、蒸気管から取出すのが好ましい。しかしより軽い原料脱が容易をバイパスするのを避けるために、および炭素スラッジの蓄積を避けるために、オーバーヘッド原料導入口を使用し、炭酸脱出口を用いるのが好ましい。炭酸導入口(または脱出口)は下部が唇部中に開口し、上部が外部に開口している。唇部中の通孔からなるのが便宜である。

恒式法原料脱は溶解抽出、酸化物による脱酸、または脱酸設備のような熟知の方法によつて加熱前に部分的に精製できるが、しかしこの発明の方法は未精製恒式法脱酸を使用して特に柱状的に有利に作業できる。

脱酸を少くとも2個の蒸発器からなるカスケード式(各蒸発器はカスケード中の前段された蒸発器より高い温度で運転される)に蒸発させると、所定の濃度に蒸発する際に生成物から

特開2153-123595(4)  
の  $P_2O_5$  の損失は顯著に減少することを我々は見出した。

従つて、この発明は希硫酸を多数の蒸発器中に連続的に流し、各蒸発器中の酸から水を蒸発させるのに充分な酸々と高められた温度に各蒸発器に配属された蒸発器中の酸を加熱し、酸の濃度を段々に高めてゆくことからなる脱酸を繰返す方法を提供するものである。

この発明の上述の実施態様における各蒸発器は蒸気脱出口、原料脱酸加熱器、蒸発された蒸気出し装置および酸加熱装置を備えた密閉容器からなるのが好ましく、この酸加熱装置はこの発明の好適な実施態様においては酸を加熱しかつ酸から水を蒸発させるのに充分な短交流電流を過す電極を備える。特に蒸発器を比較的高温度で運転する場合に容器は前述のように炭素からなるのが好ましい。原料脱は何れも恒式法脱酸、例えば30%恒式法脱酸、部分解離脱、または部分的に精製した恒式脱酸例えば溶解抽出脱であることができる。

原料脱は希硫酸で60重量%  $P_2O_5$  まで、またはそれ以上の濃度例えば約85%  $P_2O_5$  (この濃度では脱酸が留出する)までのポリ硫酸に対応する濃度に濃縮される。この発明の利点は、揮発性不純物の大部分が早期脱酸段階で除かれ、他方  $P_2O_5$  は密として後期脱酸段階で除かれるから、揮発性不純物とは別個に  $P_2O_5$  を回収することが可能となることである。カスケード中の最終蒸発器中の液は回収されて濃縮された製品酸となる。

この発明による一実施態様によれば、酸を約650℃でのメタ硫酸の沸点に加熱することが可能であり、この温度では硫酸濃度は約85重量%  $P_2O_5$  に達し、この濃度では脱酸が留出することを見出した。この実施態様によれば、蒸発器または好適なカスケード式装置を使用するときはその最終蒸発器は脱酸を留出するのに充分な高温度で運転され、この留出脱酸は凝縮器または沈降器に送られて精製され、高濃度に精製された製品酸が得られる。残留酸は中間純度の

第2番目の製品となり、これは別個に回収される。

この発明によつて得られたポリ硫酸は、そのまま、または固体不純物を分離後に、または好適にはオルト硫酸またはピロ硫酸に対応する濃度に希釈後に、結晶させることができる。オルト硫酸またはピロ硫酸は不純物除去後に例えばデサランシロンまたは好適には尹通により系から結晶化される。オルト硫酸の晶出は68.6重量%〜77.3重量%  $P_2O_5$ 、好適には70重量%〜77重量% 例へば72.5重量%  $P_2O_5$  の濃度で行うか、または6%以下の濃度で水和物として晶出される。55%以下の濃度では0℃以下に冷却することを要する。ピロ硫酸は78.4%  $P_2O_5$  と約83%  $P_2O_5$  との間、好適には79%  $P_2O_5$  と81%  $P_2O_5$  との間、例へば80%  $P_2O_5$  で晶出される。濃度が低くなるほどより高次のポリ硫酸が晶出される。別法として、ポリ硫酸または希硫酸を完全に、または部分的に適当な塩基で中和して、ポリ、ピロ

—またはサルト—磷酸塩となしてもよい。塩基はアルカリ金属、例えばリチウム、または最も好適にはナトリウムまたはカリウムの、またはアンモニウムの水酸化物または炭酸塩であり、水溶液として添加される。水酸化物はポリ磷酸と反応してポリ磷酸塩を生成し、または希釈した水と平衡するための時間を経た後の希硫酸と反応して酸の濃度によつてサルト磷酸塩および／またはピロ磷酸塩を生成する。他の磷酸塩も適当な金属例えばカルシウム、バリウムまたはストロンチウムのようなアルカリ土類金属または銅、クロム、ニッケル、亜鉛、アルミニウムまたは第一鉄イオンまたは第二鉄イオンの酸化物、水酸化物または炭酸塩またはアミン例えばエタノールアミンのような有機塩基を添加することによつてこの発明により造ることができ、不溶性または難溶性磷酸塩が得られる場合には、中和前に不純物を分離して、結晶化および／または蒸留によつて生成物を回収するのが好ましい。

原料導入管 $5$ 、 $5'$ および蒸餾装置 $2$ 、 $2'$ を備えた $2$ 個の蒸餾容器 $1$ および $1'$ を含む。蒸 $1$ および $1'$ は各々が蓋の中央を透つて蓋面に突出し下方に容器 $1$ および $1'$ 中に延び、かつ耐熱性や $4$ により蓋から絶縁された蒸餾加熱管 $3$ 、 $3'$ を備える。各蓋 $2$ および $2'$ は温度センサ $6$ および蒸気脱出導管 $7$ 、 $7'$ をも備える。各容器 $1$ および $1'$ は容器の頂部と底部との中間位置に開口する生成物脱出導管 $8$ 、 $8'$ を備える。容器 $1$ および $1'$ および電極 $9$ 、 $9'$ は各々電解（指示せず）に装置のための永冷銅管の具 $9$ を備える。容器 $1$ の生成物脱出導管 $8$ は配管 $11$ により容器 $1'$ の原料導入管 $5'$ と連通し、蒸気脱出導管 $7$ 、 $7'$ は別個の蒸餾器 $12$ 、 $12'$ を備える。

容器 $1$ 、 $1'$ の腐蝕を防止するために、物系無機炭と物系石英との樹脂結合セメントで外部から封止され、不銹鋼外蓋（指示せず）中に収納される。

使用に際して、原料液を原料導入管 $5$ を透して容器 $1$ 中に逐段的に導入して生成物脱出導管

特開4753-139595(5)

酸を組合磷酸例えばピロ磷酸に反応する濃度で濃縮することが可能で、不純物を分離後に所定の酸を品出させるか、または上述したように中和を行つて所定の組合磷酸塩を得ることができ、しかし、ピロ磷酸の場合には湿式法濃縮を最初に $5\sim 10\%$   $P_2O_5$ 以上の濃度で濃縮し、次いで約 $20\%$   $P_2O_5$ に希釈し返すのが好ましい。組合磷酸塩を造るために中間濃度（例えば $7\sim 9\%$   $P_2O_5$ ）で水と平衡した酸を中和することができる。

中和と希釈とは水性塩基をポリ磷酸に直接添加することによつて同時に行い、ポリ磷酸塩を生成させることもできる。

希釈し、蒸留した酸は湿式法より高品質の中間純度磷酸製品として販売でき、従つて原料液よりより広範な用途をもつ。酸液としての固体不純物から分離後に更に希釈することなしに濃縮液を使用することもできる。

この発明により使用するための代表的なカスケードを縦断面について説明する。装置は原

$1$ の高さによつて決められる長さの保持酸 $10$ を形成する。中間製品の酸は生成物脱出導管 $8$ を透つて、配管 $11$ を経て原料導入管 $5'$ に流れ、容器 $1'$ に入る。生成物の酸は生成物脱出導管 $8'$ を透つて逐段的に排出され、電流（例えば单相 $40$ ボルト、 $600$ アンペアの電流）が電極 $9$ 、 $9'$ と容器 $1$ 、 $1'$ との間にそれぞれ流布される。保持酸 $10$ は加熱され、蒸気は蒸気脱出導管 $7$ 、 $7'$ を透つて、それぞれ沸騰に達んだ凝縮物および銅に達んだ凝縮物として蒸餾器 $12$ および $12'$ で回収される。代表的には保持酸 $10$ は容器 $1$ 中では $300^\circ\text{C}\sim 400^\circ\text{C}$ 、例えば $300^\circ\text{C}$ に加熱され、容器 $1'$ 中では $400^\circ\text{C}\sim 450^\circ\text{C}$ 、例えば $450^\circ\text{C}$ に加熱される。

例1

原料液を、ノチルイソブチルケトンによる湿式法磷酸の $2$ 段両面抽出、水による有機抽出の同種洗浄、次いで $P_2O_5$ の水の中への $2$ 段両面抽出によつて造つた。

いくつかの高めた酸濃度での不純物の除去具

合を試験するため、第1図について先に述べた1個の容器中で温度を高めて原料酸を濃縮した。原料酸および生成物酸の組成を第1表に掲げる。

第1表

温度 ℃	時間 分	濃縮 度	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	SO <sub>4</sub> (ppm)	P (ppm)	As (ppm)	有機物(ppm)	不純物(ppm)
20	—	—	600	9930	145	606	53	—
250	0333	148	739	8127	93	930	28	139
300	0400	319	733	6160	60	649	21	340
340	0617	320	745	4378	71	208	15	239
380	0608	390	742	2784	34	687	<15	248
440	0627	433	729	709	33	803	<15	349
460	0701	710	811	183	23	678	<15	431
500	0753	903	823	100	13	607	<15	307

例2

80% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を含有する例1による濃縮酸を4%水酸化カリウム溶液中で中和して平均ポリ

特開53-128595 (6)  
酸塩類長2.1のアルカリ性ポリ磷酸カリウムとなした。この酸塩類の至る用途は酸状沈降用ビルダーである。

反応温度を50℃に調節し、pHは5~7に調節した。中和後生成物のpHを11に調節した。得られたポリ磷酸塩は1.4~3.5 kg/cm<sup>2</sup> (20~30 psi) でキャンドルフィルターを通して簡単にろ過できた。得られた生成物の化学分析値と共に P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の分布状態を第2表に示す。

第2表

P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 分布(%)				SO <sub>4</sub>	P	Cl	As	有機物	Zn	Cu	Pb	Fe
サルト	ピロ	上り	高級	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)
17	40	25	18	62	24	10	2	13	1	1	1	6

例3

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> を80%含有する例1による濃縮酸をP<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 80%の代表的なサルト磷酸塩に希釈した。この酸を4%水酸化カリウム溶液中で中

和し、サルト磷酸二カリウム溶液となし、これはキャンドルフィルターで容易にろ過された。

反応温度を50℃、pHを5~7に調節した。得られたサルト磷酸塩の化学分析値を第3表に掲げる。

第3表

P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	SO <sub>4</sub> (ppm)	P (ppm)	Cl (ppm)	As (ppm)	有機物 (ppm)	Zn (ppm)	Fe (ppm)	Pb (ppm)	Cu (ppm)
>90	153	81	76	40	15	2	16	2	1

例4

例1の方法によつて造つた濃縮酸を100℃~200℃の種々の温度で塩化ナトリウムと炭化水素することによつて脱硫酸した。脱硫酸の最初の濃度は10ppm以上であつた。結果を第4表に掲げた。

第4表

Cl (ppm) (NaClとして)	温度 ℃	停留時間 (分)	As (ppm)	Cl (ppm)
1000	120	30	21	
	150	30	3.3	
	180	30	6.0	
3000	120	5	<1	26
	150	5	<1	5
	180	5	1.7	13

硫酸量に同等の減少は、塩化物と共に最初の原料酸を加熱することによつて得ることはできなかった。

例5

例4による脱硫酸した脱硫酸した磷酸調製品は黒色の外観の酸で0.05重量/重量%の酸液成分を含有した。この酸を62.5% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> に希釈し、アリレン(商品名、ポリエチレングリコールテトラレート)帆布上のけい酸土の層を通してろ過すれば、明な商品位の磷酸が得られ

た。結果を第3表に示す。

第3表

	原 酸	再希釈液
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	63.5	63.5
SO <sub>4</sub> (ppm)	2750	115
F (ppm)	140	18
Cl (ppm)	10	10
As (ppm)	18.9	<1
有機C (ppm)	30	6
合計C (ppm)		7
B <sub>2</sub> (ppm)		<10

#### 例4

##### 分別濃縮

先に述べた図のような2個の容器のカスケードを下記の温度に加熱した。

サンプル5

容器1 = 300℃	容器2 = 400℃	A
400℃	500℃	B
500℃	600~700℃	C

Ba	1	1	1	-
Cd	1	1	1	21
Cr	3	1	3	394
Zn	5	3	33	140
Pb	3	1	1	3
Cu	1	1	3	43

#### 例5

##### 中和

恒式法濃縮を第1図に述べた1個の容器で約450℃で濃縮して80.5% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> の濃度の酸をつた。この酸の一部を0.9%水酸化カリウムで中和し、次いで何の困難もなく通過された。他の部分をサルト酸濃度(例えば40% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)に希釈し、0.6%水酸化ナトリウム溶液で中和し、再び困難なく通過された。得られた結果は下記の通りであつた。

特許2750-123505(7)

黒鉛塔内のガラス濃縮器を使って上述の温度の各々で容器3だけからの蒸気を濃縮した。同様の物を拌わない装置を使用した。

他に特記しない限り重量で百万部当りの部で表わした。得られた結果を下記に示す。

	A	B	C	原料液
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %	3.11	3.91	4.42	33.4
SO <sub>4</sub> %	1.49	3.33	0.96	0.87
F	3930	6370	1390	1225
As	1.9	4.0	3.6	9.9
合計C	102	63	30	223
Fe	63	29	-	0.70%
Al	36	37	69	810
Mg	23	6	31	0.380%
B	30	19	42	36
Ca	390	310	140	130
Si	0.69%	0.43%	400	200
Na	410	910	180	-
V	3	1	3	2.31
Ni	1	1	1	0.3

#### 例6

##### 結晶化

恒式法濃縮を約450℃、80.5% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> に加熱し、次いで希釈し、通過すれば36% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 濃度の透明な無色酸を生じたく(段階1)。

無分別無酸水和物の結晶(0.3重量/重量%)をこの再希釈液のサンプルに添加し、-30℃で1時間かきまぜた。遠心分離および通過によつて母液から結晶を分離した(段階2)。

結晶を再溶解し、得られた液を硝酸抽出した無酸水和物結晶0.3重量/重量%を使用して15℃で5分間再結晶した(段階3)。結果は下記の通りである。



	段階 1			段階 2			段階 3		
	出発 湿式酸	再希釈 湿式酸	傾析液	抽出	傾析液	抽出	抽出	傾析液	抽出
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	32.6	37.2	34.0	63.9	63.2	68.3			
SO <sub>4</sub> (ppm)	8390	483	573	133	143	100			
F (ppm)	1325	123	140	35	42	3			

#### 例 1

湿式酸を 3/0 に、53.5% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> に加熱し、次いで希釈し、戸通すれば 9.5% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 濃度の透明な緑色の酸が得られた。随分揮発性水和物の結晶 (0.1 重量/重量%) を上記再希釈酸のサンプルに添加し、25℃で 5 時間放置した。結晶を遠心分離により母液から分離した。分離した結晶は再希釈酸の 4.4 重量%で、母液は 3.4 重量%であった。分析値は下記の通りである (特記しない限りすべての数字は ppm である)。

Mg (ppm)	4000	4640
Ti	330	33
Cr	33	33

#### 4 図面の簡単な説明

第 1 図はこの発明で使用するための装置の立面断面図、第 2 図は 2 個の装置のカスケードの概略説明図である。図中：

1, 1' ... 容器 2, 2' ... 蓋 3, 3' ... 攪拌棒  
4 ... さや 5, 5' ... 原料導入管 6 ... 温度センサ  
7, 7' ... 蒸気排出導管 8, 8' ... 生成物脱出導管  
9 ... 留め具 10 ... 保持板 11 ... 配管  
12 ... 視窓

特許出願人代理人 菅 我 道 郎

特開 53-123543 B)

	出発 湿式酸	再希釈 湿式酸	結晶	母液
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	33.6	70.1	72.3	48.23
SO <sub>4</sub>	0.88%	370	330	800
F	0.13%	93	49	127

#### 例 10

フッリダ酸の酸性化によつて得た湿式酸を原料溶液について先に述べた 1 個の容器で 40℃の温度に加熱することによつて濃縮した。この酸を再希釈し、戸通して生成物酸を得た。最初の湿式酸および生成物酸の分析値は下記の通りである。

	最初の湿式酸	生成物酸
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (%)	39.1	52.6
SO <sub>4</sub> (ppm)	29000	<100
F (ppm)	3200	40
抽出 C (ppm)	4300	10
As (ppm)	4600	370
Fe (ppm)	7600	2840

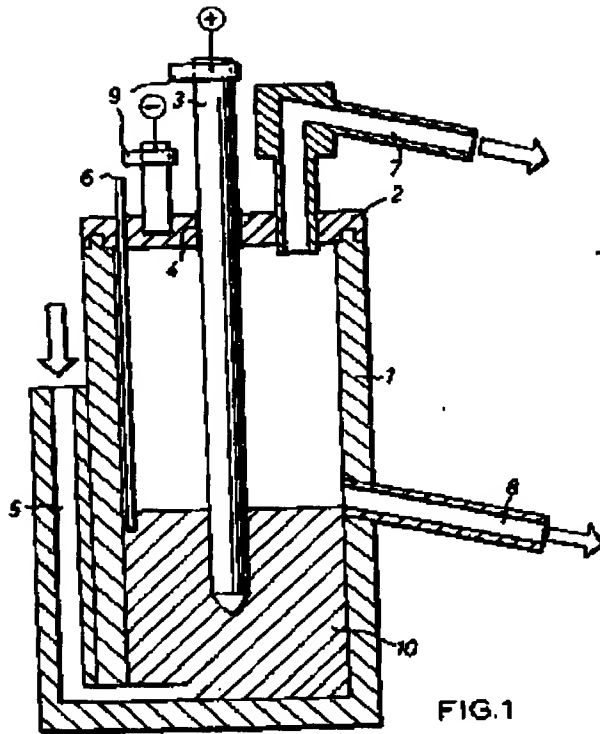


FIG. 1

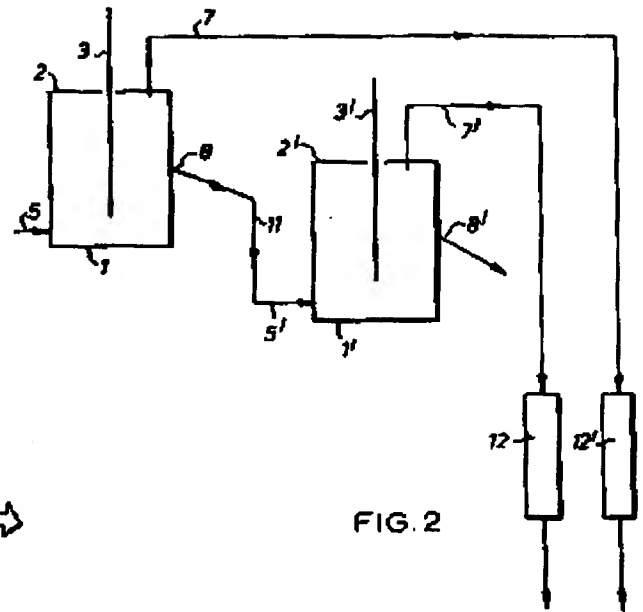


FIG. 2

予 備 補 正 書 「特 許」

昭和53年 5 月 25 日

特許庁長官 無 希 希 二 殿

1. 事件の表示

昭和53年特許願第 92223 号

2. 発明の名称

微式流體噴霧の精製方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 義 アルプライト・エンド・サイレンス・  
リミテッド

4. 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内二丁目4番1号  
丸の内ビルディング4階  
電 話 東京 (216) 6811 代表  
氏 名 (5787) 芥 川 曾 我 道 昭

5. 補正の対象

明 細 書

6. 補正の内容

明細書の 書。(内容に変更なし)